

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-064913

(43)Date of publication of application : 08.03.1994

(51)Int.Cl.

C01B 33/02

H01L 21/208

H01L 31/04

(21)Application number : 04-213790

(71)Applicant : DAIDO HOXAN INC

(22)Date of filing : 17.07.1992

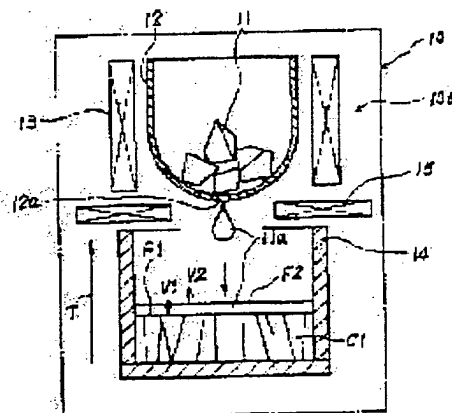
(72)Inventor : HIDE ICHIRO
MORIYA TOSHIKI

(54) METHOD FOR CASTING POLYCRYSTALLINE SUBSTANCE SUCH AS SILICON

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve the quality of a cast product, dispense with a heating process at a high temperature, and increase the durability of a cast mold by constantly controlling the crystal-growing direction of the polycrystalline raw material, when the melted liquid of the polycrystalline raw material is solidified in the cast mold.

CONSTITUTION: A melted liquid 11a obtained by melting the polycrystalline raw material 11 in a crucible 12 with a heater 13 in an inert atmosphere 10 a is injected into a cast mold 14 under a temperature gradient towards high temperatures in the direction of the arrow T. The injection is not simultaneously performed but gradually carried out, while the injection is synchronized with the crystal-growing velocity (V1) of the melted liquid 11a in the cast mold 14 and while the supply amount of the melted liquid injected from the crucible 12 is controlled by a means such as a means for controlling the heating set temperature of a heater 13. Since a large quantity of the melted liquid is not housed in the cast mold, the crystal does not grow in the transverse direction from the side wall, and only the upward growth of the crystal is constantly performed. Since the constant growth is secured without heating the cast mold at a high temperature, the durability of the cast mold is improved.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

29.03.1993

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

1988683

[Date of registration]

08.11.1995

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-64913

(43)公開日 平成6年(1994)3月8日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 1 B 33/02	E	7202-4G		
H 0 1 L 21/208	Z	9277-4M		
31/04		7376-4M	H 0 1 L 31/ 04	X

審査請求 有 請求項の数4(全 6 頁)

(21)出願番号 特願平4-213790

(22)出願日 平成4年(1992)7月17日

(71)出願人 000126115

大同ほくさん株式会社

北海道札幌市中央区北3条西1丁目2番地

(72)発明者 秀 一郎

北海道千歳市泉沢1007番地 株式会社ほく
さん中央研究所内

(72)発明者 森谷 敏明

北海道千歳市泉沢1007番地 株式会社ほく
さん中央研究所内

(74)代理人 弁理士 齋藤 義雄

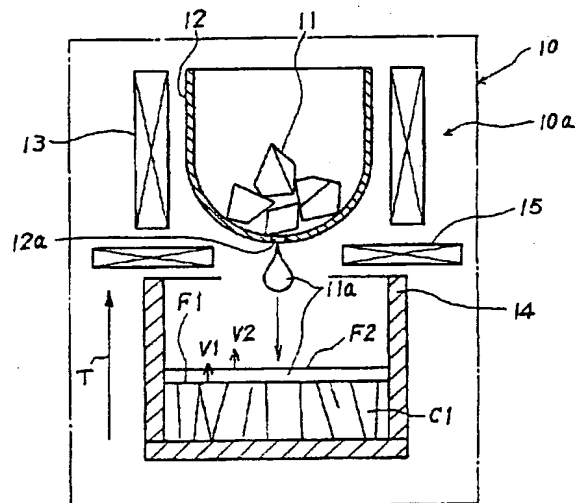
(54)【発明の名称】 シリコン等多結晶質物体の鑄造方法

(57)【要約】

【目的】 多結晶質原材の融液が鑄型内で凝固する際、その結晶成長方向を一定化することで鑄造品の品質を向上し、高温加熱をも不要とし鑄型の耐久性を増す。

【構成】 不活性雰囲気10a内でヒータ13にて坩堝12内の多結晶質原材11を融解して得た融液11aは、矢印T方向へ高温となる温度勾配下の鑄型14へ注入する。この注入は一気ではなく、鑄型14内融液11aの結晶が成長して行く速度V1と同期させて、坩堝12から注入する融液11aの供給量を、ヒータ13の加熱設定温度調整等の手段により制御することで徐々に注がれる。

【効果】 鑄型には多量の融液が收容されることがないので、鑄型の側壁から横方向へ結晶が成長することがなく、上向きの結晶成長で一定化され、この一定化は鑄型を高温加熱にしなくとも確保されることで鑄型の耐久性をも向上する。



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 不活性雰囲気内にあって、ヒータにより所望温度に加熱可能な流出口付きの坩堝に、シリコン等の結晶質原料を収納し、その下位に配設された鑄型には、所定の結晶成長の方向を決めるため、その下部側から上部側へ向けて高温となるよう温度勾配を付与しておき、上記の坩堝内における結晶質原料を、前記ヒータにより加熱融解して、その融液を坩堝の流出口から、上記の鑄型内へ流下供給するに際して、鑄型内に流下された当該融液が、前記の温度勾配により下から上へ向けて、その結晶が成長して行く速度に、当該流出口から流下供給される同上融液の注入速度を同期させるようにしたことを特徴とするシリコン等多結晶質物体の鑄造方法。

【請求項2】 坩堝内における結晶質原料をヒータにより加熱融解して、その融液を坩堝の流出口から、鑄型内へ流下供給するに際し、鑄型内に流下された当該融液が、温度勾配によって下から上へ向けて、その結晶が成長して行く速度は、予め当該鑄型に施した液面測定用熱電対により、上記融液の凝固時における温度変化を測定しておき、これにより当該融液の液面を検知するか、赤外線センサにより当該融液の凝固時における赤外線放射の変化を測定することで、同上融液の液面を検知して把握し、上記流出口から流下供給される同上融液の注入速度は、上記の検知結果に基づいて、坩堝内の結晶質原料を融解するヒータの設定温度を制御することで調整するようにした請求項1記載のシリコン等多結晶質物体の鑄造方法。

【請求項3】 坩堝内における結晶質原料をヒータにより加熱融解して、その融液を坩堝の流出口から、鑄型内へ流下供給するに際し、鑄型内に流下された当該融液が、温度勾配によって下から上へ向けて、その結晶が成長して行く速度は、赤外線センサにより上記融液の凝固時における赤外線放射の変化を測定することで、当該融液の液面を検知して把握し、上記流出口から流下供給される同上融液の注入速度は、上記の検知結果に基づいて、圧力コントローラにより前記の坩堝に対して加えられる圧力を、負圧、正圧に制御し、これによる同上融液のON-OFFにより調整するようにした請求項1記載のシリコン等多結晶質物体の鑄造方法。

【請求項4】 坩堝内における結晶質原料をヒータにより加熱融解して、その融液を坩堝の流出口から、鑄型内へ流下供給するに際し、鑄型内に流下された当該融液が、温度勾配によって下から上へ向けて、その結晶が成長して行く速度は、赤外線センサにより上記融液の凝固時における赤外線放射の変化を測定することで、当該融液の液面を検知すると共に、当該検知時における鑄型内融液の重量を測知することで把握し、上記流出口から流下供給される同上融液の注入速度は、上記の検知結果に基づいて、坩堝内の結晶質原料を融解するヒータの設定温度を制御するか、圧力コントローラにより前記の坩堝

2

に対して加えられる圧力を、負圧、正圧に制御し、これによる同上融液のON-OFFにより調整するようにした請求項1記載のシリコン等多結晶質物体の鑄造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、シリコン、特に太陽電池用多結晶シリコン等の多結晶質原料の融液を、鑄型に流下供給することによって、所要の物体を鑄造するに際し、融液の凝固時における結晶の成長方向を一方向へ揃えることで、良質な鑄造品が得られるようにした多結晶質物体の鑄造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】既知のように、この種の鑄造方法を実施するには、図3に例示されている通り不活性雰囲気1内にあって、シリコン等の結晶質原料を過熱融解し、これにより得られた融液2を、これまた不活性雰囲気1内の鑄型3に流下して、当該融液2が鑄型3内における所定の高液面位Hに達するまで一気に供給してしまうのである。

【0003】このようにして、鑄型3内に融液2が貯留されたならばこれを冷却固化することで多結晶質物体を鑄造するのであるが、当該融液2の冷却により生ずる結晶の成長方向を一定方向へ揃えなければ、良品質な鑄造製品を得ることができない。このため、図示の如く、温度勾配用ヒータ4を、上記鑄型3の上位に臨設しておくことで、鑄型3の下部側から上部側へ向けて矢印Tの如く、次第に高温となる所定の温度勾配を付与するのである。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】このようにすることで、確かに鑄型3内の融液2は下から上へ向けての一定方向へ、その結晶C1が図3の如く成長して行くこととなる。しかし、この際、鑄型3の側壁面3aにおける結晶成長核を完全に無くしてしまうことができないので、どうしても、当該側壁面3aから横方向内側へ向けて成長する結晶C2が存在することとなる。このため、結晶成長の方向が、縦横両方向に生じて一定化されなくなるだけでなく、前記の下より成長してくる結晶C1と、当該結晶C2とが衝突してしまうこととなり、この衝突箇所Sに、歪や結晶欠陥が多数発生し、この結果、満足すべき品質の多結晶質物体を鑄造することができないこととなる。

【0005】そこで、上記従来の鑄造方法によるときは、前記の通り、鑄型3の側壁面3aから横方向に結晶C2が成長することを抑制するため、当該側壁面3aの温度を、当該多結晶質物体の融点以上に保つようにしており、これにより、或程度の品質改善が望めることになるものの、もちろん、充分なものでなく、この際、鑄型3が高温に加熱されることとなることから、鑄型3の側壁面3aにおける劣化がすすみ、この結果鑄型3の長期

使用が不能になるなどの欠陥も回避できないものとなっている。

【0006】さらに、同上鑄造方法にあっては、最初から融液2を全部鑄型3内に注入してしまい、これを長時間かけて固化して行くこととなるから、高温条件下に長い間放置されることとなる鑄型3から融液2の結晶に対して、酸素や窒化シリコンそしてカーボン等の不純物が溶け込み易く、この結果、当該結晶に及ぼす悪影響も大となる。

【0007】本発明は上記の如き従来法の欠陥に鑑み、請求項1では、上記の如く一度に融液を全部鑄型3内に注入してしまうのではなく、前記の如く融液の結晶が成長して行く速度に同期させて、当該融液を少しずつ鑄型内へ供給し続けることによって、従来法の如き結晶相互の衝突に基づく歪や結晶欠陥の発生を阻止し、かつ、鑄型を高温で加熱することを不要として、その耐久性を増し、さらに、結晶内へ鑄型から不純物が溶け込むことを抑制可能として、高品質の製品を得ようとするのが、その目的である。

【0008】また請求項2では、請求項1における結晶の成長速度と、融液の注入速度とを同期させるため、液面測定用熱電対や赤外線センサを用いることで融液の液面を検知し、これに基づいて坩堝内の結晶質原料を融解するヒータの設定温度を制御するようにして、当該同期を確実に行わせるようにしている。

【0009】請求項3では、同上請求項1における同期について、ヒータの設定温度を加減するのではなく、融液を収納している坩堝に加えられる圧力の制御によって行うようにし、これにより、さらに、レスポンスのよい同期を行い得るようにしており、そして請求項4にあっては、さらに、ロードセンサ等により鑄型を含む全体の重量をも測知することで、より一層高精度な同期を保証しようとしている。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明は上記の目的を達成するため、請求項1にあっては、不活性雰囲気内にあって、ヒータにより所望温度に加熱可能な流出口付きの坩堝に、シリコン等の結晶質原料を収納し、その下位に配設された鑄型には、所定の結晶成長の方向を決めるため、その下部側から上部側へ向けて高温となるよう温度勾配を付与しておき、上記の坩堝内における結晶質原料を、前記ヒータにより加熱融解して、その融液を坩堝の流出口から、上記の鑄型内へ流下供給するに際して、鑄型内に流下された当該融液が、前記の温度勾配により下から上へ向けて、その結晶が成長して行く速度に、当該流出口から流下供給される同上融液の注入速度を同期させるようにしたことを特徴とするシリコン等多結晶質物体の鑄造方法を提供しようとしている。

【0011】次に、請求項2の場合であると、請求項1にあって、融液が、温度勾配によって下から上へ向け

て、その結晶が成長して行く速度は、予め当該鑄型に施した液面測定用熱電対により、上記融液の凝固時における温度変化を測定しておき、これにより当該融液の液面を検知するか、赤外線センサにより当該融液の凝固時における赤外線放射の変化を測定することで、同上融液の液面を検知して把握し、上記流出口から流下供給される同上融液の注入速度は、上記の検知結果に基づいて、坩堝内の、結晶質原料を融解するヒータの設定温度を制御することで調整するようにしたことを、その内容としている。

【0012】さらに、請求項3の場合によると、請求項1における融液が、温度勾配によって下から上へ向けて、その結晶が成長して行く速度は、赤外線センサにより上記融液の凝固時における赤外線放射の変化を測定することで、当該融液の液面を検知して把握し、上記流出口から流下供給される同上融液の注入速度は、上記の検知結果に基づいて、圧力コントローラにより前記の坩堝に対して加えられる圧力を、負圧、正圧に制御し、これによる同上融液のON-OFFにより調整するようにしたことを、その内容としている。

【0013】また、請求項4の場合であると、請求項1における同上融液が温度勾配によって下から上へ向けて、その結晶が成長して行く速度は、赤外線センサにより上記融液の凝固時における赤外線放射の変化を測定することで、当該融液の液面を検知すると共に、当該検知時における鑄型内融液の重量を測知することで把握し、上記流出口から流下供給される同上融液の注入速度は、上記の検知結果に基づいて、坩堝内の結晶質原料を融解するヒータの設定温度を制御するか、圧力コントローラにより前記の坩堝に対して加えられる圧力を、負圧、正圧に制御し、これによる同上融液のON-OFFにより調整するようにしたことが、その内容である。

【0014】

【作用】本発明では、鑄型内へ多量の結晶質原料による融液を、一気に流下供給してしてしまうことなく、鑄型に収納した融液が、下方から上方へ向けてその結晶が成長して行く当該成長速度と同期するように、上記融液の鑄型に対する注入がなされて行くこととなるから、当然、鑄型の上位部分には融液が滞積されておらず、従って、結晶が鑄型の側壁面から横方向へ向けて成長することがなくなり、結晶成長の方向は一定となって、歪や結晶欠陥が生ぜず、また鑄型をシリコン等の融点よりも高温に保持するといったことも不要となるだけでなく、鑄型に融液として滞留している時間も削減されるので、当該融液の結晶に鑄型から窒化シリコンやカーボン等の不純物の溶け込むことも、低減することとなる。

【0015】上記のように、多結晶質原料による融液を流下させる供給量と、結晶成長の速度とを同期させる一具体例としては、請求項2に開示の如く、先ず、不活性雰囲気内における坩堝に多結晶質原料を収納し、これを

ヒータにより加熱する際、その加熱温度を調整自在としておくのである。そして、一方では、融液の液面を測知することで、その結果成長速度を把握できるから、当該把握の結果に基づいて、上記の加熱温度を制御すればよいこととなる。

【0016】また、請求項3の場合、融液の結晶成長速度については、赤外線センサにより当該融液が固化する際の赤外線放射の変化を測知して融液の液面を検知することで把握し、一方鑄型に対する融液の供給量は、上記の検知した液面によって、前記の坩堝に対する圧力コントローラによる圧力を正負に調整し、これにより、当該融液の供給をON-OFFさせることで制御するようにしており、このことにより、当該供給量と結晶成長速度との同期を図っている。

【0017】さらに、請求項4の場合には、請求項3における如く赤外線センサにより当該融液が固化する際の赤外線放射の変化を測知して、融液の液面高さを、検知するに止まらず、この時における鑄型を含む全重量を測知し、当該重量値によって融液の注入速度を制御するようにしており、このようにすることで、液面の高さのみを測知する場合にあっては、融液が固化する際に生ずる体積の収縮によって、結晶成長速度の測定値に誤差を生じてくるのに対し、高さの変動で把握することなく重量によって検知することとなるから、より精度の高い結晶成長速度の検知結果によって、融液の注入速度、すなわち滴下量を決定でき、望ましい同期を図ることができる。

【0018】

【実施例】本発明に係る多結晶質物体の鑄造方法につき、図1、図2を参照して詳記するにあたり、先ず、これを実施するのに供し得る鑄造炉10につき説示すると、図1のものは、前記従来例の如く炉内の不活性雰囲気10a内に、シリコン等による多結晶質原料11を収納可能とした坩堝12と、これを加熱するヒータ13と、そして上記坩堝12の下位にあっては、カーボンの表面に窒化シリコンをコーティングするなどして構成された鑄型14が、夫々配設されている。15は当該鑄型14に矢印Tの如く、次第に上向きに高温となるよう所定の温度勾配を付与するための温度勾配用ヒータ、12aは前記坩堝12にあって、その下底部に穿設したピンホールなどによる流出口を夫々示している。

【0019】これに対し、図2に示されている鑄造炉10にあっては、図1の鑄造炉10に対して以下の構成部材が付加されている。すなわち、鑄型14の側壁14aには、液面測定用熱電対16が所要複数だけ高低差をつけて付設され、これら液面測定用熱電対16からの温度変化による出力信号により、前記ヒータ13の設定温度が制御されるようになっている。

【0020】一方赤外線センサ17が、これにより検知される赤外線放射18の入力によって生ずる出力によ

り、前記のヒータ13、または、圧力コントローラ19が制御されるよう結線されており、当該圧力コントローラ19からの不活性ガスによる圧力が、閉成状態にある坩堝12内に印加自在なるよう構成されており、上記の赤外線放射18は、鑄型14の融液11aから発するものである。

【0021】そこで、上記の鑄造炉10を用いて本発明に係る鑄造方法を実施するには、前記従来法と同じく矢印Tの如き温度分布下に鑄型14を配し、ヒータ13による加熱によって、坩堝12内に収納してある多結晶質原料11を融解する。これにより得られた融液11aは、坩堝12の流出口12aから流下して鑄型14内に滴下されるが、この際ヒータ13の加熱温度は可変とし、例えば、直径13インチの坩堝12を用いて約10kgのシリコンを融解するのに、1500~1600℃の範囲で温度調節ができるようにし、これにより、当該シリコンが融解してしまうまでに要する時間を、約30分から1時間の範囲で調整できるようにしておく。

【0022】一方、本発明では、上記のようにして鑄型14に流下される融液11aを、前記の矢印Tで示す温度勾配によって、結晶C1が下から上へ成長してくる速度と同期させて注入して行くのであり、従って、図示した固液界面F1の移動速度、すなわち結晶C1が成長して行く速度V1と、流下供給された融液11aによる液面F2の移動速度V2とが可及的に等しくなるようにするのである。

【0023】上記の如く、V1にV2が同期するよう融液11aを坩堝12から流下供給するための具体例としては、図2に示されている鑄造炉10にあって、前記の液面測定用熱電対16により、シリコン等の多結晶質原料11による融液11aが、凝固する際の温度変化を予め測定しておき、これにより、当該温度変化を測知することで液面F2の変化を把握できるようにし、当該液面測定用熱電対16の出力により知り得た結果により、ヒータ13による加熱設定温度を制御し、このことによって、多結晶質原料11による融液11aの供給量を加減調整すれば、前記の如く融液11aの結晶が成長して行く速度V1に同期した融液11aの流下供給が可能となる。

【0024】また、V1とV2の同期手段としては、これまた図2に示されている如く、前記の赤外線センサ17を矢印20に示すように上下方向へ回動走査することで、シリコン等の融液11aが、鑄型14にあって固化する際の赤外線放射18の変化を測知し、これにより融液11aの液面F2を検知することで、当該検知に基づく赤外線センサ17からの出力により、上記の如くヒータ13の設定温度か、前記の圧力コントローラ19をON-OFF制御するのである。

【0025】このようにすることで、上記圧力コントローラ19の場合、これからの不活性ガスにより、坩堝1

2に対する圧力が負圧、正圧に調整されこの結果、坩堝12の流出口12aから流出される融液11aの注入が、ON-OFFを繰り返すこととなり、前記固液界面F1の移動速度に対して、液面F2の移動速度V2を追従させることができる。

【0026】ここで、実際に20cm四方の鑄型を用いて本発明を実施したところ、前記の10kgであるシリコンを従来法の如く最初から融液を全部鑄型に注入して固化したときには、既述の如く鑄型の側壁面からの結晶成長が可成り見受けられたのに対し、3時間をかけて連続して融液を徐々に同期注入したことで、側壁面からの結晶成長は殆ど認められなかった。

【0027】また、上記の実施に際しては、鑄型14の側壁14aにおける側壁面の温度をシリコン等の融点以下にしたが、この場合であっても、当該側壁面からの結晶成長が抑止されていることを確認できた。

【0028】さらに、ここで上記のV1とV2とを同期させるための他実施例を示すが、これには図3に示す如き装置を用いることになる。この装置が前記の装置と相違する点は、鑄型14が支持体21上に載置されており、当該支持体21の支柱21aが、鑄造炉10の底部に設けたガスシール22を介して外部まで延出され、当該支柱21aと所定位置に固装の基部23との間に、ロードセンサ24が介設されていることである。そして、このロードセンサ24からの出力信号は、コントローラ25に入力されると共に、このコントローラ25には、既述の赤外線センサ17からの出力信号も入力され、当該コントローラ25の出力により、前記のヒータ13または圧力コントローラ19が制御されることとなる。

【0029】上記の装置を用いることにより、前記のように赤外線センサ17によって融液11aの液面F2の高さが検知され、この検知結果によりヒータ13や圧力コントローラ19を制御するのではなく、当該液面F2の上記検知時に対応したロードセンサ24による、鑄型14を含む全重量を測知し、コントローラ25から当該重量変化に基づく出力を発して、これにより、ヒータ13や圧力コントローラ19を制御するのである。

【0030】従って、液面F2の高さによる制御の場合には、融液11aが液体から固体となる際に、その体積が収縮することとなる（シリコンの場合における液体1ccの重量は2.1gであるのに対し、固体1ccの重量は2.3gである。）ので、結局、結晶成長の速度を測知する上で誤差が発生することになるが、この場合の如くロードセンサ24による融液11aに係る重量の測定値によって、結晶成長速度を把握するようにすれば、上記の如き誤差が解消され、この結果、より望ましいV

1とV2との同期を行わせることになる。

【0031】

【発明の効果】本発明は以上のようにして実施できるから、請求項1によるときは、融液が温度勾配により、その結晶が下方から上方へ成長して行く速度と同期して、融液が鑄型に供給されて行くから、鑄型の側壁から横方向への結晶成長が抑止され、上向きの結晶成長のみで支配されるから、歪も結晶欠陥もない良質の鑄造品を得ることができる。

【0032】さらに、請求項2および請求項3にあっては、鑄型内の融液における液面変化を、液面測定用熱電対や赤外線センサを用いて把握することで、融液の結晶成長速度を知り、この把握結果に基づいて、多結晶質原料を融解するヒータの設定温度や、坩堝内に印加される圧力を制御するようにしたので、結晶成長速度と、鑄型への融液供給量とが正確に同期し、良質鑄造品の製造上望ましい結果を得ることができる。

【0033】また、請求項4によるときは、請求項3にあって融液の液面変化を赤外線センサで知り、これにより結晶成長速度を把握したのに対し、鑄型内の融液につきその重量変化をロードセンサにより知ること、同結晶成長速度を測知するようにしたので、当該速度に対する融液供給量の同期を、より高精度に行わせることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る多結晶質物体の鑄造方法を実施するのに供し得る鑄造炉の一例を示した正面縦断説明図である。

【図2】同上鑄造方法を実施するのに供し得る鑄造炉の異種例を示した正面縦断説明図である。

【図3】同上鑄造方法を実施するのに供し得る鑄造炉の他種例を示した正面縦断説明図である。

【図4】従来の多結晶質物体の鑄造方法を実施するのに用いられている鑄造炉を示した縦断正面説明図である。

【符号の説明】

10a 不活性雰囲気

11 多結晶質原料

11a 融液

12 坩堝

12a 流出口

13 ヒータ

14 鑄型

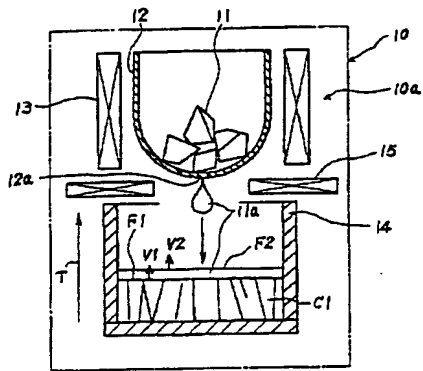
16 液面測定用熱電対

17 赤外線センサ

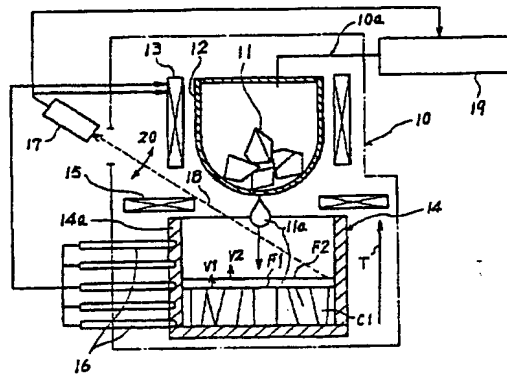
18 赤外線放射

19 圧力コントローラ

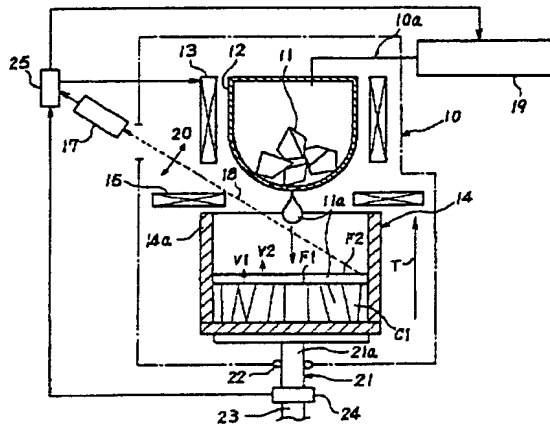
【図1】



【図2】



【図3】



【図4】

